SINTESIS SENYAWA $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ DENGAN TEKNIK REFLUKS BERBANTUAN IRADIASI *MICROWAVE* DAN KARAKTERISASINYA

Oleh:
Haryo Rohmadiyanto
NIM 14307144011

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ (x = 0,00; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10) dengan teknik refluks berbantuan iradiasi *microwave* dan mempelajari karakter fisik senyawa $LiNi_xMn_{2-x}O_4$.

Metode sintesis yang digunakan yaitu teknik refluks berbantuan iradiasi *microwave*. Campuran larutan $Na_2S_2O_8$ dan $Mn(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ direfluks selama 20 menit dengan dibantu iradiasi *microwave* intensitas 380 W (*medium*) sambil dilakukan pengadukan sebesar 500 rpm. Padatan dikalsinasi pada suhu 750^{o}C selama dua jam sehingga membentuk senyawa Mn_2O_3. Selanjutnya melakukan reaksi *solid state* dengan mencampurkan Mn_2O_3, LiOH, dan $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ sesuai rasio mol yang ditentukan, dengan penambahan larutan $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ sebagai agen pengkelat. Padatan dikalsinasi pada suhu 750^{o}C selama dua jam sehingga membentuk senyawa $LiNi_xMn_{2-x}O_4$. Senyawa $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ dikarakterisasi menggunakan Difraksi Sinar X (XRD), yang kemudian diolah menggunakan program U-FIT untuk mengetahui parameter kisi dan struktur senyawanya, serta *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk menganalisis secara kualitatif maupun kuantitatif unsur-unsurnya.

Hasil sintesis menunjukkan bahwa senyawa $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ berhasil disintesis menggunakan teknik refluks berbantuan iradiasi *microwave*. Hasil analisis pola XRD menunjukkan senyawa $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ memiliki sistem kristal kubik dengan grup ruang ***Fd-3m***. Parameter kisi menurun seiring dengan bertambahnya nilai x sebatas yang ditambahkan. Hasil analisis SEM-EDX menunjukkan bahwa permukaan senyawa $LiMn_2O_4$ dan $LiNi_{0,08}Mn_{1,92}O_4$ berbentuk tidak beraturan dengan permukaan kasar serta terdapat rongga-rongga dipermukaannya. Rasio mol komposisi Mn:O dari senyawa $LiMn_2O_4$ yaitu 2,5:4,0 sedangkan komposisi Mn:Ni:O dari senyawa $LiNi_{0,08}Mn_{1,92}O_4$ yaitu 2,00:0,08:4,00.

Kata kunci: $LiNi_xMn_{2-x}O_4$, teknik refluks, iradiasi *microwave*, reaksi *solid state*

Bidang ilmu terkait penelitian : Kimia Anorganik

Email : haryo117fmipa@student.uny.ac.id / haryo.rmdyt@gmail.com

SYNTHESIS OF COMPOUNDS $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ WITH THE MICROWAVE IRRADIATION-ASSISTED REFLUX TECHNIQUE AND ITS CHARACTERIZATION

Written by:
Haryo Rohmadiyanto
NIM 14307144011

ABSTRACT

This study aims to synthesize the compounds of $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ (x = 0.00, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10) with the microwave irradiation-assisted reflux technique and study the physical character of the compounds $LiNi_xMn_{2-x}O_4$.

The synthesis method used is microwave irradiation-assisted reflux technique. The solution mixture of $Na_2S_2O_8$ and $Mn(CH_3COOH)_2 \cdot 4H_2O$ was refluxed for 20 min with microwave irradiation intensity of 380 W (medium) while stirring 500 rpm. The solids were calcined at 750°C for two hours so that the Mn_2O_3 compound was formed. Next perform a solid state reaction by mixing Mn_2O_3, LiOH, and $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ according to the defined mole ratio, with the addition of $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ solution as chelating agent. The solids were calcined at 750°C for two hours so that the $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ compound was formed. The $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ compound was characterized using X-Ray Diffraction (XRD), which was then processed using U-FIT program to determine the lattice parameters and structure of the compound, and Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) to analyze both qualitatively and quantitatively its elements.

The synthesis results showed that the $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ compound was successfully synthesized using microwave irradiation-assisted reflux technique. The result of XRD pattern analysis show that the $LiNi_xMn_{2-x}O_4$ compound has a cubic crystal system with an ***Fd-3m*** space group. The lattice parameter decreases as the x-value increases are added. The result of SEM-EDX analysis shows that the surface of $LiMn_2O_4$ and $LiNi_{0,08}Mn_{1,92}O_4$ compounds is irregularly shaped with rough surface and there are cavities on the surface. The mole ratio of Mn:O composition of the $LiMn_2O_4$ compound is 2.5:4.0 while the composition of Mn:Ni:O of the compound $LiNi_{0,08}Mn_{1,92}O_4$ is 2.00:0.08:4.00.

Keywords: $LiNi_xMn_{2-x}O_4$, reflux technique, microwave irradiation, solid state reaction